

平成22年 5月 28日現在

研究種目：若手研究（A）
 研究期間：2007～2009
 課題番号：19684012
 研究課題名（和文） マイクロマシン技術の導入によるパルス強磁場中
 微小スピン計測の高感度化
 研究課題名（英文） High-sensitive detection of small spin ensemble in pulsed
 high magnetic fields by introduction of micromachine technology
 研究代表者
 大道 英二（OHMICHI EIJI）
 神戸大学・大学院理学研究科・准教授
 研究者番号：00323634

研究成果の概要（和文）：パルス磁石を用いると強い磁場を簡便に得ることができる反面、短い磁場発生時間のために高感度の測定が困難であった。本研究ではマイクロマシン技術に着目し、微小な計測デバイスを用いることで高感度、高速応答可能な計測システムの構築を行う。実際に、この技術を用いて機械的検出方式によるテラヘルツ領域での電子スピン共鳴測定を可能にした。また、測定に最適化したデバイスの作製を目指し、カスタムカンチレバーの作製を行った。

研究成果の概要（英文）：Strong magnetic field can be obtained using a pulse magnet, but it is difficult to achieve high sensitivity due to its limited pulse duration. In this study, we have paid attention to micromachine technology, and have developed a measurement system with high sensitivity and fast response using microdevices. With this technique, we succeeded in mechanical detection of electron spin resonance in the terahertz region. Besides, custom cantilevers were fabricated to optimize measurement devices in strong magnetic fields.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2007年度	13,500,000	4,050,000	17,550,000
2008年度	2,700,000	810,000	3,510,000
2009年度	2,000,000	600,000	2,600,000
年度			
年度			
総計	18,200,000	5,460,000	23,660,000

研究分野：数物系科学

科研費の分科・細目：物理学・物性II

キーワード：マイクロマシン、パルス磁場、カンチレバー

1. 研究開始当初の背景

電子物性の研究においてパルスは有用な測定手段の一つになっている。しかしながら、

パルス磁場は発生時間が短い（～20-50 ms）ために信号雑音比が悪く、大きな試料体積が

必要であること、測定手段が限られるといった制限がある。このような欠点を補うため申請者はこれまでマイクロマシン技術に着目し、マイクロカンチレバーなどをはじめとする高感度計測装置を開発してきた。その結果、50 T の強磁場下で $1 \cdot g$ 以下という微小試料の測定に成功してきた。しかし、この方法では市販の原子間力顕微鏡に用いられているカンチレバーを使用していることから更なる改良を加えることができず、さまざまな試料・用途に応じて最適化されたカスタム計測装置の製作を困難にしていた。

こういった問題を解決するためにはマイクロマシン技術を駆使した新しい微小計測装置が有用である。実際に欧米では既に自ら設計・作製した、独自性の高いカスタム計測装置の製作することで従来は不可能であった高感度の測定が可能になりつつある。しかし、国内ではこのような試みはほとんど見受けられない。本研究ではマイクロマシン技術を他に先駆け導入することで、強磁場中精密計測の分野にブレークスルーをもたらすことが期待される。

2. 研究の目的

本研究ではマイクロマシン技術を導入し、3次元マイクロ加工による高感度スピン計測装置を開発する。具体的には反応性イオンエッチング装置を導入することでカスタムカンチレバー、マイクロファラデー法などの計測装置を作製する。これによりスピン検出感度を従来よりも2桁程度向上させ、40 Tまでのパルス強磁場中で1-10 ng程度の微小試料スピン計測を可能にする。

また、実際にマイクロマシンの一種であるカンチレバーを用いて高分解能電子スピン共鳴装置の開発を行う。この方法では、磁気共鳴に伴う微小な磁化の変化をカンチレバーの機械的変位として検出する新しい方法である。従来の方法に比べ高い測定感度が期待できる。本研究ではカンチレバーを用いた微小結晶のテラヘルツ電子スピン共鳴を可能にするための技術開発を行う。

3. 研究の方法

SOI基板と呼ばれる特殊なシリコン基板を用いて3次元微細構造の作製をおこなう。任意のパターン形状を作成するために簡易マスク作製装置を自作する。自作したマスクを用いて基板上にパターンを作製し、イオンエッチング装置により上部シリコン層を除去した後、下地の酸化シリコン膜をウェットエッチングで除去する。エッチングガスにはエッチングレートの速いSF₆ガスを導入する。カンチレバー構造ならびにブリッジ構造のよ

うな比較的シンプルな構造を作製し数値計算との比較を行う。マスク作製の分解能が50ミクロン程度であることを考慮して、作製するデバイスとしてまずは1mm程度のものを念頭においている。これ以上、微細な構造のパターンについてはマスクを外注して対応する。レーザーを用いた光学的な手法を取り入れ、固有振動数やバネ定数を感度よく決定するための装置を自作する。

平行してカンチレバーを用いた高感度電子スピン共鳴測定法の開発を行う。ガン発振器を用いて100~300 GHz帯での信号検出を目指す。高感度の測定を行うために電磁波の強度を変調し、ロックインアンプを用いた検出を行う。測定試料にはCo Tutton 塩と呼ばれる試料を用いて、4.2 Kで測定を行う。得られた結果を元に最小検出スピン数を見積もり、従来の方法との比較を行う。また、パルス磁場中での信号検出を目指す。このため、固有振動数の高いカンチレバーを採用し、テスト測定を行う。

4. 研究成果

リアクティブイオンエッチング装置を初めとする微細加工装置を導入し、開発環境を整備するとともにマイクロマシン作製のための条件出しを行った。まず、微小なパターンを転写するために必要なマスクを安価に製作するため、マスク作製装置を自作した。写真感光板を用いて最小で20ミクロン線幅のパターンを作製することに成功した。また、作製したパターンを用いてドライエッチングならびにウェットエッチングの詳細な条件だしを行った。ドライエッチングについてはCF₄ガス、SF₆ガスについてそれぞれ40 nm/min、2000 nm/minという値を得た。ウェットエッチングについてはTMAHを用いて、1000 nm/minという値をえることができた。また、エッチングマスクの選択比を実験的に求めた。また、リフトオフ、マスク作製などその他のプロセスについてもパラメータを最適化し、再現性よく10ミクロンの微細加工が可能になった。これにより各種プロセスを統合し、目的に応じたカンチレバーの作製が可能になった。

本研究では実際に(1)微小カンチレバー、(2)キャパシタンス検出カンチレバー、(3)較正コイル付きカンチレバー、(4)光検出カンチレバーを作製した。幅2ミクロン、厚み2ミクロン、長さ400ミクロンのカンチレバー作製にも成功し、当初目的に挙げていたマイクロマシン構造の作製に成功した。

また、作製したカンチレバーの変位を精密に測定するための測定系の開発も平行して行った。極低温下での使用を念頭においてファイバー光学系を用いたFabry-Perot干渉計に

よる変位計測システムを構築した。光源には1310 nmのSLD光源を用いた。変位検出感度としては0.1 nm程度の値を達成した。

さらにカンチレバーを用いた磁化検出電子スピン共鳴の開発をおこなった。光変調法とロックインアンプを組み合わせた方法により、従来の測定方法より1000倍以上高い感度を実現することに成功した。その結果、定常磁場中では315 GHzの高周波領域まで電子スピン共鳴を観測することに成功した。この値はカンチレバーを用いた電子スピン共鳴としては世界最高周波数にあたる。また、パルス磁場中での測定にも着手し、これまでと比較して2桁程度高い感度を実現した。この成果により、更に高い周波数領域における電子スピン共鳴測定が可能になるものと期待できる。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計10件)

- ①H. Ohta and E. Ohmichi, Recent Advances in High Frequency Electron Spin Resonance Detection Using a Microcantilever, 査読有, Applied Magnetic Resonance 37 (2010) 881-891
- ②H. Ohta, E. Ohmichi, S. Okubo, T. Sakurai, M. Fujisawa, Development of Multi-extreme ESR Measurement System in Kobe, 査読有, Journal of Low Temperature Physics 159 (2010) 302-306
- ③E. Ohmichi, N. Mizuno, S. Hirano, H. Ohta, High-frequency ESR Measurement at 315 GHz Using a Microcantilever, 査読有, Journal of Low Temperature Physics 159 (2010) 276-279
- ④H. Ohta, M. Fujisawa, N. Souda, S. Okubo, E. Ohmichi, T. Sakurai, H. Kikuchi, T. Ono, H. Tanaka, K. Matsubayashi, and Y. U wato ko, Magnetic Susceptibility Measurement under High Pressure and Magnetization Measurement of S=1/2 Dioptase Lattice Antiferromagnet, 査読有, Journal of Physics: Conference Series 150 (2009) 042151/1-4
- ⑤大道英二, 水野議覚, 平野修也, 太田仁, カンチレバーを用いた多周波数・高分解能ESR装置の開発, 査読有, 電子スピンスイエンス学会誌 7 (2009) 100-105
- ⑥大道英二, 水野議覚, 平野修也, 木俣基, 太田仁, マイクロカンチレバーを用いた高周波電子スピン共鳴法の開発, 査読有, 固体物理 44 (2009) 453-462
- ⑦太田仁, 大久保晋, 大道英二, 櫻井敬博,

テラヘルツESRの磁性研究への展開, 査読有, 日本磁気学会誌 4 (2009) 2162

- ⑧E. Ohmichi, N. Mizuno, M. Kimata, H. Ohta, Multi-Frequency ESR Using a Microcantilever in the Millimeter Wave Region, 査読有, Journal of Physics: Conference Series 150 (2009) 042150/1-4
- ⑨ E. Ohmichi, N. Mizuno, M. Kimata, H. Ohta, and T. Osada, High-frequency electron spin resonance system using a microcantilever and a pulsed magnetic field, 査読有, Rev. Sci. Instrum. 80 (2009) 013904/1-6
- ⑩ E. Ohmichi, N. Mizuno, M. Kimata, and H. Ohta, Magnetic detection of high-resolution electron spin resonance using a microcantilever in the millimeter-wave region up to 240 GHz, 査読有, Rev. Sci. Instrum. 79 (2008) 103903/1-5

[学会発表] (計22件)

- ①平野修也, 水野議覚, 大道英二, 太田仁, カンチレバーESR測定法を用いた微小単結晶試料の評価, 日本物理学会第65回年次学会, 2010.3.22, 岡山大学
- ②小西和也, 大道英二, 太田仁, 精密物理計測に向けたMEMSカンチレバーの試作, 日本物理学会第65回年次学会, 2010.3.20, 岡山大学
- ③平野修也, 水野議覚, 大道英二, 太田仁, マイクロカンチレバーを用いた315GHzにおける高周波ESR測定, 48回電子スピンスイエンス学会年会, 2009.11.11, 神戸大学
- ④小西和也, 大道英二, 太田仁, カンチレバーESRの高感度化に向けたMEMS構造の試作, 48回電子スピンスイエンス学会年会, 2009.11.11, 神戸大学
- ⑤大道英二, 平野修也, 水野議覚, 太田仁, マイクロカンチレバーを用いた新しい高周波ESR測定法の開発, 48回電子スピンスイエンス学会年会, 2009.11.10, 神戸大学
- ⑥K. Konishi, E. Ohmichi, and H. Ohta, Development of high-field ESR measurement method at 315GHz using a microcantilever, Electron Magnetic Resonance of Strongly Correlated Spin Systems, 2009.11.8, Kobe, Japan
- ⑦平野修也, 水野議覚, 大道英二, 太田仁, カンチレバーを用いた315GHzにおける高感度ESR信号検出, 日本赤外線学会第19回研究発表会, 2009.11.6, 宇宙航空研究開発機構
- ⑧平野修也, 水野議覚, 大道英二, 太田仁,

カンチレバーを用いた315 GHzにおける強磁場ESR測定、日本物理学会2009年秋季大会、2009.9.28、熊本大学

- ⑨ E. Ohmichi, M. Noriaki, S. Hirano, H. Ohta, High-frequency ESR measurement at 315 GHz using a microcantilever, 9th International Conference on Research in High Magnetic Fields, 2009.7.24, Dresden, Germany
- ⑩ 大道英二、マイクロカンチレバーを用いた微小トルク測定法の開発と分子性導体への応用、日本物理学会、2009.3.30、立教大学
- ⑪ 小西和也、大道英二、太田仁、カンチレバーESRの高感度化に向けたMEMS加工技術の開発、日本物理学会、2009.3.28、立教大学
- ⑫ 水野議覚、大道英二、木俣基、太田仁、ミリ波領域におけるカンチレバーES測定の高感度化、日本物理学会、2008.3.23、近畿大学
- ⑬ 大道英二、水野議覚、木俣基、太田仁、テラヘルツESRに向けたカンチレバーESR測定法の開発、日本赤外線学会第18回研究発表会、2008.10.30、神戸大学
- ⑭ 水野議覚、大道英二、木俣基、太田仁、光変調法を用いたミリ波領域におけるカンチレバーESR測定、日本赤外線学会第18回研究発表会、2008.10.30、神戸大学
- ⑮ 小西和也、大道英二、太田仁、カンチレバーを用いたテラヘルツ波ESR装置の高感度化に向けたMEMS加工技術の開発、日本赤外線学会第18回研究発表会、2008.10.30、神戸大学
- ⑯ 大道英二、水野議覚、木俣基、太田仁、カンチレバーを用いた多周波数・高分解能ESR装置の開発、第47回電子スピンスイェンス学会年会、2008.10.3、九州大学
- ⑰ 水野議覚、大道英二、木俣基、太田仁、光変調検出法を用いた高感度カンチレバーESR測定、第47回電子スピンスイェンス学会年会、2008.10.2、九州大学
- ⑱ 水野議覚、大道英二、木俣基、太田仁、光変調検出法を用いたパルス磁場下におけるカンチレバーESR測定、日本物理学会、2008.9.23、岩手大学
- ⑲ E. Ohmichi、Micro-Apparatuses for Ultrasensitive Pulsed-Field Experiments 4th International Symposium on High Magnetic Field Spin Science in 100 T, 2007.11.27、東北大学
- ⑳ 水野議覚、大道英二、木俣基、太田仁、ミリ波領域におけるカンチレバー検出高感度ESR測定法の開発、日本赤外線学会、2007.11.14、東京工業大学

21. E. Ohmichi and H. Ohta, Electron spin resonance measurement using

microdevices、Low Energy Excitations in Condensed Phases、2007.11.12、神戸大学

22. 水野議覚、大道英二、木俣基、太田仁、パルス磁場下におけるカンチレバーESR測定の高感度化、日本物理学会、2007.9.22、北海道大学札幌キャンパス

6. 研究組織

(1) 研究代表者

大道 英二 (OHMICH EIJI)

神戸大学・大学院理学研究科・准教授

研究者番号：00323634